

DOCKET NO.: 216527 US

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Kenji MASUI, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP00/04359

INTERNATIONAL FILING DATE: June 30, 2000

FOR: WATER-IN-OIL TYPE EMULSIFIED FAT AND/OR OIL COMPOSITION

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

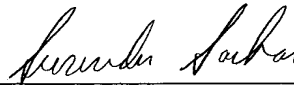
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	11-184762	30 June 1999

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP00/04359. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423



22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 1/97)



10/019427

PCT/JP00/04359

日 本 国 特 許
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

行 30.06.00 #2
REC'D 14 JUL 2000
WIPO PCT

EV

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1999年 6月30日

出 願 番 号

Application Number:

平成11年特許願第184762号

出 願 人

Applicant (s):

花王株式会社

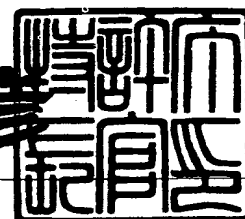
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 2月25日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特2000-3009839

【書類名】 特許願

【整理番号】 199K0003

【提出日】 平成11年 6月30日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A23D 7/00

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

 【氏名】 舩井 賢治

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

 【氏名】 小西 祥博

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

 【氏名】 安川 拓次

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100063897

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 古谷 馨

 【電話番号】 03(3663)7808

【選任した代理人】

 【識別番号】 100076680

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 溝部 孝彦

【選任した代理人】

 【識別番号】 100087642

 【弁理士】

【氏名又は名称】 古谷 聡

【選任した代理人】

【識別番号】 100091845

【弁理士】

【氏名又は名称】 持田 信二

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010685

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 油中水型乳化油脂組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ジグリセリドを15重量%以上含有する油脂及び風味成分を含有する油中水型乳化油脂組成物であって、36℃の水中で全乳化物の30%以上が初期の1分間に転相することを特徴とする油中水型乳化油脂組成物。

【請求項 2】 解乳化剤を含有するものである請求項 1 記載の油中水型乳化油脂組成物。

【請求項 3】 解乳化剤が、HLB 7以上のポリグリセリン脂肪酸エステル、水溶性分解蛋白質、HLB 8以上のリソレシチン、HLB 5以上のショ糖脂肪酸エステル、HLB 8以上のモノグリセリド有機酸エステル、HLB 8以上のソルビタン脂肪酸エステルの中の1種以上である請求項 2 記載の油中水型乳化油脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、摂取時の風味発現性（フレーバーリリース）に優れたジグリセリド含有油中水型乳化油脂組成物に関する。本発明の油中水型乳化油脂組成物は、マーガリン、ファットスプレッド、バタークリーム、ショートニング類などに好適に利用される。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

近年、先進諸国の食生活においては脂質の摂取量が増大しており、このことは血中トリグリセリド（中性脂肪）濃度の増加、肥満を招き、成人病の大きな原因となっている。

ジグリセリドは、食後の血中中性脂肪濃度が上昇しにくく、体脂肪になりにくい油脂であることが明らかになり（特開平 1 0 - 1 7 6 1 8 1 号公報）、調理油や特にマーガリン、スプレッドのような油脂の多い（油中水型乳化）食品において、従来の油脂に代えての使用が期待される。

油脂にジグリセリドを配合する油中水型乳化組成物は、例えば、特開平 7-121196 号公報、特開平 3-91441 号公報、US 4284655、特開昭 61-63242 号公報、US 5879735、WO 95/22257、WO 96/32022 などに各種提案されている。

本発明者らは、油中水型乳化油脂組成物について更に検討を続けたところ、ジグリセリドを高濃度に含む場合、食品の美味しさに直接係わる摂取時の風味発現が良くないという問題が見出された。このような現象はトリグリセリドを主体とする油脂には見られない。

【0003】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、ジグリセリドを高濃度に含む油中水型乳化物の系においては、乳化が安定し過ぎ、口中での W/O 型から O/W 型への転相速度が遅くなることが風味発現に大きく影響していることを見出した。

即ち、本発明は、ジグリセリドを 15 重量%以上含有する油脂及び風味成分を含有する油中水型乳化油脂組成物であって、36℃ の水中で全乳化物の 30% 以上が初期の 1 分間に転相することを特徴とする油中水型乳化油脂組成物を提供することにより、上記課題を解決するものである。

【0004】

【発明の実施の形態】

本発明で使用するジグリセリドを構成する脂肪酸としては、炭素数 6~22 の飽和もしくは不飽和脂肪酸、好ましくは炭素数 16~22 の不飽和脂肪酸が挙げられる。構成脂肪酸中、不飽和脂肪酸が 55 重量%以上であることが望ましい。

ジグリセリドの原料油脂としては、不飽和脂肪酸残基の含量の高い油脂、例えば、サフラワー油、オリーブ油、綿実油、菜種油、コーン油、大豆油、パーム油等の植物性油脂、更にラード、牛脂、バター等の動物性油脂、あるいはそれらの分別油、ランダムエステル油、硬化油を使用できる。これらの 1 種以上の油脂とグリセリンとの混合物を触媒の存在下でエステル交換反応するか、または不飽和脂肪酸レベルの高い脂肪酸組成物とグリセリンの混合物を触媒の存在下でエステル化反応することによって得られる。

生成ジグリセリドの混合物中に形成された過剰のモノグリセリドは分子蒸留法またはクロマトグラフィー法により除去することができる。残存するモノグリセリドは、できるだけ除去するほうが望ましく、その含量は5重量%以下（好ましくは2重量%以下）の範囲内であれば問題ない。

本発明で、ジグリセリドの含有量は、乳化安定性の面から、油脂量を基準にして15重量%以上、特に15~90重量%が好ましい。特に血中トリグリセリド抑制、体脂肪蓄積抑制の面から45重量%以上であることが好ましい。

【0005】

本発明でいう風味成分（フレーバー）とは、香料、呈味剤（蛋白材、アミノ酸等）、香辛料、塩類、糖類等の味、香に関係する全ての添加剤を意味し、水相及び／又は油相中に配合される。

【0006】

本発明で言う転相の度合いは、100ml のビーカーに水50gを入れ、36℃に温調した後、乳化油脂組成物5gをマグネティックスターラー（長さ2.5cm のバー、回転数300rpm）で分散させたときの水相風味成分の水中の濃度により確認できる。例えば、風味成分として塩が入っている場合、転相の度合いは、加熱などにより完全に乳化破壊することにより確認できる水中の塩濃度を100 としたときの、口中温度付近（36℃）の水に乳化組成物を分散させたときの1分後の水相中の塩濃度の割合で表される。同様にして風味成分として糖が入っている場合には、糖濃度を測定すればよい。初期の1分間に乳化物の30%以上、好ましくは50%以上、特に好ましくは80%以上が転相するようにするのが望ましい。転相の度合いが30%未満では風味発現の強度がかなり弱く、また発現開始も遅い。

このような物性を示す組成物は、通常使用される配合成分及びその量を選択することによっても調製可能である。しかし、容易にこのような組成物を得るためには、以下に示す解乳化剤（W/O型乳化物には一般には用いられない）の使用が有利である。

【0007】

本発明でいう解乳化剤とは、保存時は乳化の安定性に影響することなく、摂取時に口中で速やかに転相することにより、優れたフレーバーリリースを実現させ

る、風味増強剤あるいはフレーバーリリース・エンハンサーとして機能する添加剤である。

解乳化剤としては、以下に説明するポリグリセリン脂肪酸エステル、水溶性分解蛋白質、リゾレシチン、ショ糖脂肪酸エステル、モノグリセリド有機酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルが使用できる。

ポリグリセリン脂肪酸エステルとしては、構成脂肪酸の炭素数が10~22の飽和脂肪酸もしくは不飽和脂肪酸と、ポリグリセリンとのモノ、ジ、ポリエステルであり、HLBが7以上（好ましくは11以上）であることが必要である。HLBが7未満のものは、逆にフレーバーリリースを悪くする。

分解蛋白質としては、乳蛋白、植物性蛋白、卵蛋白等を酵素または酸で分解して得た1種以上を使用できる。具体的には、乳蛋白としては、カゼイン、ラクトアルブミン、ラクトグロブリン、ラクトフェリン、ホエー、脱脂粉乳、全脂粉乳、バターミルクパウダー、乳清蛋白、ミルク等が用いられる。植物性蛋白としては、大豆蛋白、小麦蛋白、コーン蛋白等が挙げられる。卵蛋白としては、オボアルブミン、コンアルブミン、オボムコイド、オボグロブリン、卵白蛋白、卵黄蛋白、全卵蛋白等が挙げられる。

これらを分解した分解蛋白の好ましい物性としては、水溶性であることが挙げられる。水に不溶の場合、蛋白のゲル化のためフレーバーリリースは逆に悪くなる。また、分解処理としては、配合前に蛋白を分解するのが好ましいが、乳化中や乳化後に分解処理をしてもかまわない。

リゾレシチンとしては、構成脂肪酸の炭素数が10~22の飽和脂肪酸もしくは不飽和脂肪酸で、HLBが8以上（好ましくは12以上）で、水溶性のものである。HLBが8未満のものは、逆にフレーバーリリースを悪くする。

【0008】

ショ糖脂肪酸エステルとしては、構成脂肪酸の炭素数が10~22の飽和脂肪酸もしくは不飽和脂肪酸と、ショ糖とのモノ、ジ、ポリエステルであり、HLBが5以上（好ましくは8以上）であることが必要である。HLBが5未満のものは、逆にフレーバーリリースを悪くする。

モノグリセリド有機酸エステルとしては、構成脂肪酸の炭素数が10~22の飽和

脂肪酸もしくは不飽和脂肪酸からなるモノグリセリドに有機酸が1、2個結合しているもので、HLBが8以上であることが必要である。HLBが8未満のものは、逆にフレーバーリリースを悪くする。

ソルビタン脂肪酸エステルとしては、構成脂肪酸の炭素数が10~22の飽和脂肪酸もしくは不飽和脂肪酸で、HLBが8以上であることが必要である。特に米国アトラス社のTwee nで知られているポリソルベート類であるポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート (Twee n 60)、ポリオキシエチレンソルビタントリスステアレート (Twee n 65)、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート (Twee n 80)、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート (Twee n 20)、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート (Twee n 40) が好ましくは利用できる。尚、HLBが8未満のものは、逆にフレーバーリリースを悪くする。

【0009】

尚、ポリグリセリン脂肪酸エステル、モノグリセリド有機酸エステル及びソルビタン脂肪酸エステルのHLBはGriffi nの式、リゾレシチン及びショ糖脂肪酸エステルのHLBは乳化法により求めた値を用いた。

【0010】

解乳化剤は、解乳化作用（フレーバーリリース改善効果）を示す量を添加することが重要であり、解乳化剤は水相に添加することが望ましいが、油相に添加しても問題はない。おおよそ、その量は組成物中、0.01~5重量%、好ましくは0.1~1重量%の範囲である。

【0011】

本発明で使用する食用油脂の原料は、大豆油、菜種油、パーム油、コーン油、綿実油、ヤシ油、パーム油、パーム核油等の植物性油脂、ラード、魚油、乳脂等の動物性油脂、あるいはこれらの油を水素添加処理したもの及びエステル交換したものの1種以上が使用できる。

本発明で使用する油相の固体油脂含量 (SFC) は、通常5~35℃において、1~35、好ましくは20℃で7~30、30℃で1~20の範囲であればよい。

【0012】

本発明の油中水型乳化油脂組成物の調製は常法によれば良く、油相に対する水を基質とする水相の重量比率は、油相：水相＝20：80～85：15（好ましくは40：60～85：15）の範囲とすることができる。

【0013】

本発明の組成物には、油相の副成分として、乳製品、乳化剤等を配合できる。また、水を基質とする水相には、乳蛋白、澱粉、増粘多糖類、熱可塑性蛋白質（ゼラチン等）等を配合できる。

【0014】

また、油中水型乳化油脂組成物の劣化を抑制するために、トコフェロール、パルミチン酸エステル、ステアリン酸エステル等のアスコルビン酸エステル、茶、ローズマリー等のハーブ、桃の葉や根塊から抽出した天然抗酸化成分等の抗酸化剤を併用してもよい。

【0015】

【実施例】

〔ジグリセリドの調製〕

固定化1,3 位選択的リパーゼである市販リパーゼ製剤（リパーゼ商品名：「Lipozyme 3A」、ノボインダストリーA. S. 社製）を触媒として、大豆油脂脂肪酸及びグリセリンをモル比2：1で混合しながら70℃で3時間反応させた。反応の際、エステル化により生成する水分を除くため、0.26kPa に系内を減圧にした。反応生成物からリパーゼ製剤を濾別した後、分子蒸留、脱色、脱臭を行いジグリセリド（ジグリセリド含量85重量%、モノグリセリド含量1.3 重量%、トリグリセリド含量13.7重量%、上昇融点5℃）を得た。

【0016】

実施例1～5、比較例1～4

製造後の可塑性乳化物が800 gとなるように、表1の処方に従って、70℃で10分間、ホモミキサー（特殊機化工業（株）製）により乳化した。得られた乳化物を常法により急冷し、可塑化することにより油中水型乳化油脂組成物を製造した。

得られた油中水型乳化油脂組成物の転相の度合いを以下の方法により測定した。

即ち、100ml のビーカーに水50 g を入れ、36℃に温調した後、乳化油脂組成物 5 g をマグネティックスターラー（長さ2.5cm のバー、回転数300rpm）で分散させ、経時的に水中の塩濃度を測定し、（1分後の水中の塩濃度）÷（完全に乳化破壊した時の塩濃度）×100を転相の度合いとした。尚、塩濃度測定には、堀場製作所（株）製のコンパクト塩分計C-121を用いた。結果を表1に示す。

また、得られた油中水型乳化油脂組成物（製造直後品および5℃で30日保存品）のフレーバーリリースについて、以下の基準に従い専門パネラー（10名）が口に入れて食すことにより評価した。その平均点を表1にあわせて示す。

評価基準は以下の通りである。

- 4 ; 風味発現が極めてよい
- 3 ; 風味発現の強度がやや弱く、発現開始も少し遅れる
- 2 ; 風味発現の強度がかなり弱く、発現開始も遅い
- 1 ; 風味発現が極めて悪く、発現開始もかなり遅い

【0017】

【表1】

		実 施 例					比 較 例			
		1	2	3	4	5	1	2	3	4
油 相 (部)	シグリセリド	48.9	48.9	48.9	48.9	55.5	48.9	48.6	48.6	48.9
	部分硬化パーム油 (IV=40)	21.0	21.0	21.0	21.0	13.9	21.0	20.8	20.8	21.0
	ステアリン酸モノ グリセリド	—	—	—	—	0.5	—	—	—	—
	添加剤1 種類	—	—	—	—	—	—	F 0.5	G 0.5	—
	ビタミンE	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
	βカロチン	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	バターフレーバー	0.1	0.1	0.1	0.1	0.08	0.1	0.1	0.1	0.1
	チーズフレーバー	—	—	—	—	0.02	—	—	—	—
水 相 (部)	蒸留水	27.9	27.9	27.9	27.9	24.9	27.9	28.4	28.4	28.4
	添加剤2 種類	A 0.5	B 0.5	C 0.5	D 0.5	C 0.5	E 0.5	—	—	—
	脱脂粉乳	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	食塩	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
	生クリーム	—	—	—	—	3	—	—	—	—
転相の度合い (%)		100	100	100	66	100	17	17	8	25
フレーバーリリース (製造直後)		4	4	3.9	3.5	4	1.2	1	1	2
フレーバーリリース (保存後)		4	4	3.9	3.5	4	1	1	1	2

実施例1～4、比較例1～4は、油相のSFC; 20℃で15.3、30℃で8.8

実施例5は油相のSFC; 20℃で9.8、30℃で6.0

【0018】

A ; 分解ホエー蛋白 (森永乳業 (株) 製)

B ; HLB15のショ糖脂肪酸エステル (第一工業製薬 (株) 製、F-160)

C ; HLB15のポリグリセリン脂肪酸エステル (阪本薬品 (株) 製、ML-7)

50)

D ; HLB11のポリグリセリン脂肪酸エステル (阪本薬品 (株) 製、SO-750)

E ; ホエー蛋白 (森永乳業 (株) 製)

F ; HLB1のショ糖脂肪酸エステル (第一工業製薬 (株) 製、F-10)

G ; HLB4.5 のポリグリセリン脂肪酸エステル (太陽化学 (株) 製、サンソフトQ-175S)

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 摂取時の風味発現性（フレーバーリリース）に優れたジグリセリド含有油中水型乳化油脂組成物を提供する。

【解決手段】 ジグリセリドを15重量%以上含有する油脂及び風味成分を含有する油中水型乳化油脂組成物であって、36℃の水中で全乳化物の30%以上が初期の1分間に転相する油中水型乳化油脂組成物。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

氏 名 花王株式会社